

[19] STATE OFFICE FOR
INVENTIONS AND TRADEMARKS
Bucharest

R O M A N I A (11) Patent Number: 115885 B1
(51) Int.Cl.⁷ C 11C 3/00
C 11 D 9/02; C 10 M 105/22

(12) PATENT FOR INVENTION

The decision to grant the patent may be revoked within
6 months from the date of publication

(21) Patent application no: 96 - 02421

(22) Date of filing: 19.12.1996

(61) Improvement to patent no:

(62) Divided from the patent application
no:

(30) Priority:

(41) Date of patent application publication: **(86)** International PCT application no:
BOPI no.

(42) Date of publication of decision to
grant the patent: **28.07.2000**
BOPI no.7/2000

(87) International publication:

(56) Documents in the state of the art:
RO 111694; 115537

(45) Date of issuance and publication of
the patent: BOPI no:

(71) Applicant: ICECHIM, BUCHAREST, RO;

(73) Patent Owner: ICECHIM, BUCHAREST, RO;

(72) Inventors: STEPAN EMIL, BUCHAREST, RO; SERBAN SEVER, BUCHAREST, RO;

(74) Professional Representative:

**(54) PROCESS FOR OBTAINING FATTY ACIDS SALTS FROM
TRIGLYCERIDES IN SOLVENTS**

(57) Abstract: The invention relates to a process for obtaining fatty acids salts from triglycerides, in solvents, also known as soaps. According to the invention, the process consists in that, in the first stage, the triglycerides contained in the vegetable or animal fats are treated with methanol in a ratio of 16 ... 21% by weight as against the

triglycerides, and alkaline or alkaline earth hydroxides in a ratio of 0.5 ... 4%

by weight as against the methanol, and in the second stage, the reaction mass is saponified with hydroxides in a molar ratio of 3 : 1 as against the triglycerides, in a lower alcohols and water mixture. There are

obtained soaps uniformly protected against oxidation and additivated, with a uniform distribution of the ingredients.

Claims: 5

The invention relates to a process for obtaining fatty acids salts from triglycerides in solvents, also known as soaps and which, depending on the contained cation, are used as detergents for washing the body, laundry or textile materials, in lubricant and catalyst compositions, or as auxiliary materials in the textile and skin dressing industry etc.

There is known the process for the preparation of fatty acids sodium and lithium salts, by the saponification of triglycerides with aqueous solutions of alkaline hydroxides, by using acetonitrile at the reflux temperature as solvent. After completing the reaction, the said soaps precipitated by cooling are separated from the solvent by filtration and drying with an overall output of 90% (**US 4075234**).

Though the process eliminates many of the shortcomings of the classical processes of saponification in water, it presents some disadvantages. Thus, because of using aqueous alkaline hydroxide solutions, the soap contains between 7 and 10% water. In case of potassium salts, there results a sticky paste wherefrom the solvent cannot be separated by filtration. The glycerine separation does not take place, this being accumulated in the filtrate, contaminated with water introduced into the system by the alkaline hydroxide solution.

Also there is known the process for saponification in acetone of the triglycerides with an aqueous alkaline hydroxide solution, in the presence of a small quantity of sodium chloride, at the reflux temperature. The precipitated soaps are separated from the solvent by filtration and drying, with outputs of 90 ... 99% (**US 4337209**).

Said process eliminates some of the disadvantages of the previously presented process. Thus, there can also be obtained fatty acids potassium salts, and finally the soaps contain less than 5% water. The major disadvantage consists in the accumulation of glycerine

in the solvent from filtration, the glycerine being contaminated with water contained by the alkaline hydroxide solution and with the sodium chloride used in the reaction for the purpose of increasing the output. Also, the obtained soap contains sodium chloride, glycerine and water, impurities that are sometimes not desired.

There is also known a variant of this process, wherein there is described the saponification of residual fats extracted by means of a hexane-type non-polar solvent, the saponification being carried out in an acetone-type dipolar aprotic solvent, in the presence of an aqueous 40% sodium hydroxide solution (**US 4259251**).

The disadvantages are the same as for the previously presented process.

There are known numerous processes for conditioning soaps, for the purpose of improving the properties, particularly in case of the toilet soap.

A classical additivating process for obtaining translucent toilet soap proposes the previous drying of soap as granules. These are introduced into a special equipment called "amalgamator", wherein they are mixed with a paste consisting of polyethylene glycol, colouring agent, perfume etc, then the homogenization continues in another specific equipment called "refining plodder". The following stages of compacting and extruding are finalized by cutting into bars and pressing in dies, there resulting a translucent toilet soap. (**US 4879063**).

The major disadvantage of the process consists in the non-uniform distribution of some paste like ingredients in the solid soap, even in the conditions of using some special mixing equipments (4).

There are also known the processes for obtaining the fatty acids salts from triglycerides in solvents, according to RO patents **111694** and **115537** which present the disadvantage of obtaining low purity products.

The technical problem solved by the invention consists in selecting an adequate solvent

system and establishing both the ratios to the other reagents in the two stages of the process and of the technical conditions and the succession of operations, so as to obtain, with higher outputs, a product having high purity and uniform distribution of the ingredients.

According to the invention, the process eliminates the disadvantages mentioned before, by that, in a first stage, the vegetable or animal fat-type triglycerides in natural condition, purified or recovered as such or hydrogenated, selected from the sunflower oils as such or epoxydated, soya oils as such or epoxydated, rape, olive, castor, flax, hemp, cotton, pea nut, pumpkin oils, maize sprouts oil, tall, cocoa butter, palm oil, coconut oil, palm seed oil, lard, fish oil, flayer's pit fats, bovine suet, ovine suet or mixtures thereof, are treated at 65 ... 70°C for 0.5 ... 1 hour, with methanol taken in a ratio of 16 ... 21% by weight as against the triglycerides and with a hydroxide selected from sodium, potassium, lithium hydroxide, barium hydroxide or mixtures thereof taken in a ratio of 0,5 ... 4% by weight as against the methanol, in the presence of a discolouring mixture consisting of discolouring earth and activated charcoal in a ratio of 2 : 1 by weight, said mixture being taken in a ratio of 4 ... 65 by weight relative to the triglycerides, the discolouring mixture is separated by filtration and the filtrate is settled in two layers, of which the lower layer rich in glycerine is purified and used, while the upper layer is saponified in the second stage, in the presence of the same hydroxide taken in a molar ratio of 3 : 1 relative to the triglycerides and of a mixture of solvents, used in a ratio of 400 ... 500% by weight relative to the triglycerides and which contains 0.5 ... 10% by weight water, the solvents being chosen from methanol, ethanol, propanol-1, propanol-2, 2-methylpropanol-1, butanol-1, butanol-2, alone or in a mixture, fresh or recycled from the previous batches, the reaction mass is heated being maintained at the reflux for 2 ... 3 hours, it is cooled, filtered and the soap cake is either dried, or suspended in an alcohol selected from methanol, ethanol, propanol-1, propanol-2, 2-methylpropanol-1, butanol-1, butanol-2 alone or in admixture, in a ratio of 300% by weight relative to the triglycerides, it is treated with 2 ... 20% by weight relative to the triglycerides, conditioning agents selected from antioxidants,

fatty acids alkanolamides, polyethylene glycols, glycerines, olive oil, coconut butter, ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), fatty alcohols, titanium dioxide, wool fat, colophony, colouring agent, perfume, then it is filtered and the conditioned soap cake is dried.

The invention presents the following advantages:

- there are obtained high quality anhydrous, non-alkaline soaps free of inorganic salts and glycerine;
- there result soaps uniformly protected against oxidation and additivated, having a uniform distribution of the ingredients;
- there do not result effluents;
- there is easily separated the anhydrous high concentration glycerine, this being purified with low material and energy consumption, and it is thereafter used;
- there is ensured the lowering of the raw material consumption in the conditions of using for the synthesis the solvents recovered from previous batches;
- there is ensured the lowering of the energetic consumption, by the use of some solvents with boiling temperatures and latent vaporization heats less than that of the water.

There are given hereinafter five embodiments of the invention.

Example 1. In a 500 ml vessel, provided with stirring, thermometer and condenser, there are introduced 36 g of methanol, 1.4 g of sodium hydroxide.

After dissolving the hydroxide, there are introduced into the vessel 200 g of lard having the saponification index of 210 mg KOH/g and 12 g of discolouring earth and activated charcoal mixture in a gravimetric ratio of 2 : 1. The reaction mass is heated while stirring, being maintained at 65 ... 70°C for one hour. The discolouring mixture is removed by filtration and the reaction mass is separated by settling into two layers. The lower layer having 31 g mostly containing glycerine is removed with a view to purifying and using the glycerine. The

upper layer is introduced into a 1.5 l vessel, provided with stirring, thermometer and condenser, onto a mixture consisting of 30 g of sodium hydroxide, 30 g water and 970 g of propanol-2. The reaction mass is heated while stirring, there being maintained at reflux, for 2 hours, then it is cooled, the precipitate is filtered and washed with 100 g propanol-2. The soap cake is dried, there being recovered the solvent, which together with the filtrate is used in the batches to come. There result 210 g of soap with an output of 95%.

Example 2. In a 500 ml vessel, provided with stirring, thermometer and condenser, 0.2 g of NaOH are dissolved in 43 g of methanol. Then 200 g of palm seed butter with the saponification index of 252 mg KOH/g and 8 g of a mixture consisting of discolouring earth and activated charcoal in a gravimetric ratio of 2 : 1 are introduced. The reaction mass is heated, being maintained at 70°C for 30 minutes. The discolouring mixture is removed by filtration and the filtrate is settled into two layers: the lower layer formed of raw glycerine is removed for subsequent purification and use. The upper layer is subjected to saponification, by introducing it into a 1.5 l vessel provided with stirring, thermometer and condenser, onto a mixture comprising 36 g of sodium hydroxide, 1000 g mixture of solvents recovered from the previous batches and consisting of 900 g propanol-2, 60 g of methanol, 30 g water and 10 g of soap. The reaction mass is heated while stirring, being maintained at reflux for 2 hours, then it is cooled, the precipitate is filtered and washed with 100 g of propanol-2. The cake is dried, there resulting soap flakes with a 98% output.

Example 3. In a 500 ml vessel, provided with stirring, thermometer and condenser, there are dissolved 0.2 g of sodium hydroxide in 37 g of methanol, there are introduced 100 g coconut butter with the saponification index of 242 mg KOH/g, 100 g ovine suet with the saponification index of 193.5 mg KOH/g and 10 g of a mixture consisting of discolouring earth

and **discolouring charcoal** in a gravimetric ratio of 2 : 1. The reaction mass is heated while stirring, being maintained at 65 ... 70°C for 1 hour. The discolouring mixture is removed by filtration and the filtrate is settled into two layers: the lower layer consisting of raw glycerine, is removed for purification and use. The upper layer is filled out for saponification into a 1.5 l vessel, provided with mechanical stirring, thermometer and condenser. In said vessel there are introduced then 28 g of sodium hydroxide, 4.5g potassium hydroxide, 950 g ethanol and 50 g water. The reaction mass is heated while stirring, being maintained at reflux, for 3 hours. It is cooled and filtered. The cake is suspended in 600 g ethanol wherein there were introduced 40 g conditioning agents selected from: antioxidants (BHT, BHA, BHQ), fatty acids alkanolamides, polyethylene glycols, glycerine, olive oil, coconut butter, ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), fatty alcohols, titanium dioxide, wool fat, colophony, colouring agent, perfume. After homogenization it is filtered and the cake is dried, there resulting conditioned soap with a 95% output.

Example 4: In a 500 ml vessel provided with stirring, thermometer and condenser, 1.3 g of anhydridized barium hydroxide are suspended in 32 g methanol. There are introduced 200 g of raw sunflower oil having the saponification index of 187.4 mg KOH/g and 10 g of a mixture of discolourig earth and activated charcoal in a gravimetric ratio of 2 : 1. The reaction mass is maintained at 65 ... 70°C, for 1 hour. The discolouring mixture is removed by filtration and the filtrate is settled into two layers: the lower layer comprising raw glycerine, is used after decontamination. The upper layer is filled out into a 1.5 l vessel provided with stirring, thermometer and condenser, wherein it is treated with 57 g of barium hydroxide, 720 g 2-methylpropanol-1 and 80 g water. It is heated, the reaction mass being maintained at reflux, for 2 hours. It is cooled, the precipitate is filtered and then dried. There results barium soap with a 97% output.

Example 5. There are observed the processes described in examples 1 ... 4, the lard, palm seed butter, coconut butter, bovine suet or raw sunflower oil being replaced with vegetable or animal triglycerides in natural state, purified or recovered, as such or hydrogenated, selected from epoxydated sunflower oil, soya oil as such or epoxydated, rape, olive, flax, hemp, cotton, peanuts, pumpkin, maize sprouts oils, tall, cocoa butter, palm butter, fish oil, flay's pit fats, ovine suet or mixtures thereof, there being performed the corrections imposed by the fat quality. Also, the sodium, the potassium of barium hydroxide can be replaced by lithium hydroxide, the hydroxides being used as such or in admixture. The reaction solvent mixture of the water-propanol-2, water-methanol- propanol-2, water-ethanol, water-methylpropanol-1 type, can be replaced with water propanol-1, water-butanol-1, water-butanol-2 mixtures or water- mixtures of lower alcohols presented above. There result soaps with 90 ... 98% outputs.

CLAIMS

1. Process for obtaining fatty acids salts from triglycerides in solvents, by treating the triglycerides with a hydroxide, cooling, filtering, drying and conditioning the resulting fatty acids salts, **characterized in that**, in the first stage, the triglycerides are treated at 65 ... 70°C, for 0.5 ... 1 hour with methanol taken in a 16 ... 21% ratio as against the triglycerides and with a hydroxide taken in a 0.5 ... 4% ratio as against the methanol, in the presence of a discolouring mixture comprising discolouring earth and activated charcoal in a 2 : 1 weight ratio, said mixture being taken in 4 ... 6 % ratio as against the triglycerides, the discolouring mixture is separated by filtration and the filtrate is settled into two layers, of which the lower one rich in glycerine it is decontaminated and used, while the upper layer is saponified in the second stage, in the presence of the same hydroxide taken in a molar ratio of 3 : 1 as against the triglycerides and of a solvent mixture used in 400 ... 500% ratio as against the triglycerides and which comprises 0.5 ... 10% by weight water, the reaction mass is heated being maintained at reflux for 2 ... 3 hours, it is filtered and the soap cake resulting from filtration is conditioned and dried, the percentage being expressed by weight.
2. Process according to claim 1, **characterized in that** the triglycerides are of the type of natural, purified or recovered vegetable or animal fats, as such or hydrogenated, selected from sunflower oils as such or epoxydated, soya oil as such or epoxydated, rape, olive, castor, flax, hemp, cotton, peanut, pumpkin, maize sprouts oils, tall, cocoa butter, palm, coconut, palm seed oils, lard, fish oil, flayer's pit fats, bovine or ovine suet, or mixtures thereof.
3. Process according to claim 1, **characterized in that** the hydroxide is selected from sodium, potassium, lithium, barium hydroxide or mixtures thereof.
4. Process according to claim 1, **characterized in that** the solvents are selected from

methanol, ethanol, propanol-1, propanol-2, 2-methylpropanol-2, butanol-1, butanol-2, alone or in admixture, fresh or recovered from previous batches.

5. Process according to claim 1, **characterized in that** the soap cake resulting from filtration is conditioned by suspending it in an alcohol selected from methanol, ethanol, propanol-1, propanol-2, 2-methylpropanol-1, butanol-1, butanol-2, alone or in admixture, in a 300% ratio by weight relative to the triglycerides, it is treated with 2 ... 20% by weight, relative to the triglycerides, conditioning agents selected from t-butyl-hydroxytoluene-; t-butyl-hydroxyanisol-, t-butyl-hydrochinare-type antioxidants, fatty acids alkanolamides, polyethyleneglycols, glycerine, olive oil, coconut butter, ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), fatty alcohols, titanium dioxide, wool fat, colophony, colouring agent, perfume, then it is filtered and the soap cake is dried.



(12) BREVET DE INVENTIE

Hotărârea de acordare a brevetului de inventie poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: 96-02421

(61) Perfectionare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: 19.12.1996

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:

BOPIS nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
28.07.2000 BOPIS nr. 7/2000

(87) Publicare internațională:
Nr.

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPIS nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 111694; 115537

(71) Solicitant: ICECHIM, BUCURESTI, RO;

(73) Titular: ICECHIM, BUCURESTI, RO;

(72) Inventatori: STEPAN EMIL, BUCURESTI, RO; SERBAN SEVER, BUCURESTI, RO;

(74) Mandatar:

(54) PROCEDEU DE OBȚINERE A SĂRURILOR ACIZILOR GRAȘI DIN TRIGLICERIDE ÎN SOLVENTI

(57) **Rezumat:** Inventia se referă la un procedeu de obținere a sărurilor acizilor grasi din trigliceride, în solventi, cunoscute și sub denumirea de săpunuri. Procedeul conform inventiei constă în aceea că, în prima etapă, trigliceridele continute în grăsimi vegetale sau animale se tratează cu metanol în proporție de 16... 21% în greutate față de trigliceride și hidroxizi alcalini sau alcalino-pământosi în raport de 0,5... 4% în greutate față de

metanol, iar în etapa a doua, masa de reacție se saponifică cu hidroxizi în raport molar de 3:1 față de trigliceride, într-un amestec de alcoolii inferiori cu apă. Rezultă săpunuri protejate uniform împotriva oxidării și aditive, cu o distribuție uniformă a ingredientelor.

Revendicări: 5

RO 115885 B1



RO 115885 B1

Invenția se referă la un procedeu de obținere a sărurilor acizilor grași din trigliceride în solventi, cunoscute și sub denumirea de săpunuri și care, în funcție de cationul conținut, se utilizează ca detergenți pentru spălarea corpului, a rufelor sau a materialelor textile, în componenții de lubrifianti, catalizatori sau ca auxiliari în industria textilă și de pielărie etc.

Este cunoscut procedeul pentru prepararea sărurilor de sodiu și litiu ale acizilor grași, prin saponificarea trigliceridelor cu soluții apoase de hidroxizi alcalini, utilizând ca solvent acetonitrilul, la temperatura de reflux. După terminarea reacției, săpunurile respective precipitate prin răcire, se separă de solvent prin filtrare și uscare cu un randament global de 90% (**US 4075234**).

Deși procedeul elimină multe din inconvenientele procedeelor clasice de saponificare în apă, el prezintă unele dezavantaje. Astfel, datorită utilizării soluțiilor apoase de hidroxizi alcalini, săpunul conține între 7 și 10% apă. În cazul sărurilor de potasiu, rezultă o pastă cleioasă din care nu se poate separa solventul prin filtrare. Separarea glicerinei nu se realizează, aceasta acumulându-se în filtrat, impurificată cu apă introdusă în sistem prin soluția de hidroxid alcalin.

De asemenea, este cunoscut procedeul de saponificare în acetonă a trigliceridelor cu o soluție apoasă de hidroxid alcalin, în prezența unei mici cantități de clorură de sodiu, la temperatura de reflux. Săpunurile precipitate se separă de solvent prin filtrare și uscare cu randamente de 90...99% (**US 4337209**).

Procedeul respectiv elimina unele dintre dezavantajele procedeului anterior prezentat. Astfel, se pot obține și sărurile de potasiu ale acizilor grași, iar săpunurile în final conțin mai puțin de 5% apă. Dezavantajul major constă în acumularea glicerinei în solventul de la filtrare, glicerina fiind impurificată cu apă conținută de soluția de hidroxid alcalin și cu clorura de sodiu, utilizată în reacție în scopul măririi randamentului. De asemenea, săpunul obținut conține clorura de sodiu, glicerina și apa, impurități care uneori sunt nedorite.

Este cunoscută și o variantă a acestui procedeu, în care se descrie saponificarea grăsimilor reziduale extrase cu ajutorul unui solvent nepolar de tipul hexanului, saponificarea realizându-se într-un solvent aprotic dipolar de tipul acetonei, în prezența unei soluții apoase de hidroxid de sodiu 40% (**US 4259251**).

Dezavantajele sunt aceleiași ca la procedeul prezentat mai sus.

Sunt cunoscute numeroase procedee de condiționare a săpunurilor, în scopul îmbunătățirii proprietăților, în special, în cazul săpunurilor de toaletă.

Un procedeu clasic de aditivare pentru obținerea unui săpun de toaletă translucid propune uscarea prealabilă a săpunului, sub formă de granule. Acestea sunt introduse într-un utilaj special numit "amalgamator", unde sunt amestecate cu o pastă formată din polietilenglicol, colorant, parfum etc. apoi este continuată omogenizarea într-un alt utilaj specific denumit "refining plodder". Etapele următoare de compactare și extrudere sunt finalizate prin tăierea în bucăți și presarea în matrițe, rezultând săpun de toaletă translucid (**US 4879063**).

Dezavantajul major al procedeului constă în repartizarea neuniformă a unor ingredienți sub formă de pastă, în săpunul solid, chiar în condițiile utilizării unor utilaje de amestecare speciale (4).

Sunt cunoscute, de asemenea, procedeele de obținere a sărurilor acizilor grași din trigliceride în solventi, conform brevetelor **RO 111694** și **115537** care prezintă dezavantajul obținerii unor produse cu puritate reduse.

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, constă în alegerea unui sistem adecvat de solvent și stabilirea atât a rapoartelor față de ceilalți reactanți în cele două etape ale procesului, cât și a condițiilor tehnice și succesiunii operațiilor, astfel încât să se obțină, cu randamente superioare, un produs de puritate avansată și cu o distribuție uniformă a ingredientilor.

Procedeul conform invenției înălțură dezavantajele menționate anterior, prin aceea că, în prima etapă, trigliceridele de tipul grăsimilor de origine vegetală sau animală, în stare naturală, purificate sau recuperate, ca atare sau hidrogenate, alese dintre uleiurile de floarea soarelui ca tare sau epoxidate, soia ca atare sau epoxidate, rapiță, măslini, ricin, in, cânepă, bumbac, arahide, dovleac, germenii de porumb, tall, unt de cacao, de palmier, de cocos, de sămburi de palmier, untură de porc, de pește, grăsimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, sau amestecuri ale acestora, se tratează la 65 ... 70°C timp de 0,5 .. 1 h, cu metanol luat în proporție de 16 ... 21% în greutate față de triglyceride și cu un hidroxid ales dintre hidroxidul de sodiu, de potasiu, de litiu, de bariu, sau amestecuri ale acestora, luat în proporție de 0,5 ... 4% în greutate față de metanol, în prezența unui amestec decolorant format din pământ decolorant și cărbune activat în raport de 2:1 în greutate, amestec luat în proporție de 4... 6% în greutate față de triglyceride, amestecul decolorant se separă prin filtrare, iar filtratul se decantează în două straturi, din care cel inferior, bogat în glicerina, se purifică și se valorifică, în timp ce stratul superior se saponifică în a doua etapă, în prezența aceluiași hidroxid luat în raport molar de 3:1 față de triglyceride și a unui amestec de solvenți, utilizat în proporție de 400 ... 500% în greutate față de triglyceride și care conține 0,5 ... 10% în greutate apă, solvenții fiind aleși dintre metanol, etanol, propanol-1, propanol-2, 2-metilpropanol-1, butanol-1, butanol-2, singuri sau în amestec, proaspeti sau recuperati de la șarjele anterioare, masa de reacție se încălzește menținându-se la reflux 2 ... 3 h, se răcește, se filtrează, iar turta de săpun fie se usucă, fie se suspendă într-un alcool ales dintre metanol, etanol, propanol-1, propanol-2, 2-metilpropanol-1, butanol-1, butanol-2, singuri sau în amestec, în proporție de 300% în greutate față de triglyceride, se tratează cu 2 ... 20% în greutate față de triglyceride, agenți de condiționare aleși dintre antioxidantii, alcanolamide de acizi grași, polietilenglicoli, glicerina, ulei de măslini, unt de cocos, acid etilendiamintetraacetic (EDTA), alcooli grași, bioxid de titan, lanolin, colofoniu, colorant, parfum, apoi se filtreză, iar turta de săpun condiționat se usucă.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- se obțin săpunuri de calitate superioară, anhidre, nealcaline, fără săruri anorganice și glicerină;
- rezultă săpunuri protejate uniform, împotriva oxidării și aditive cu o distribuție uniformă a ingredientilor;
- nu rezultă ape reziduale;
- se separă ușor glicerina, anhidră și de concentrație ridicată, putându-se purifica cu consumuri reduse de materiale și energie, fiind ulterior valorificată;
- asigură reducerea consumurilor de materii prime, în condițiile utilizării în sinteză a solvenților recuperati de la șarjele anterioare;
- asigură reducerea consumurilor energetice, prin utilizarea unor solvenți cu temperaturi de fierbere și călduri latente de vaporizare mai mici ca ale apei.

Se dau, în continuare, cinci exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Intr-un vas de 500 ml, prevăzut cu agitare, termometru și condensator, se introduc 36 g metanol și 1,4 g hidroxid de sodiu.

RO 115885 B1

După dizolvarea hidroxidului se introduc în vas 200 g untură de porc, având indicele de saponificare 210 mg KOH/g și 12 g amestec de pământ decolorant cu cărbune activat în raport gravimetric de 2:1. Masa de reacție se încălzește sub agitare, menținându-se la 65 ... 70°C, timp de o oră. Se îndepărtează prin filtrare, amestecul decolorant, iar masa de reacție se separă prin decantare în două straturi. Stratul inferior în greutate de 31 g cu conținut majoritar de glicerină se îndepărtează în vederea purificării și valorificării glicerinei. Stratul superior se introduce într-un vas de 1,5 l, prevăzut cu agitare, termometru și condensator, peste un amestec format din 30 g de hidroxid de sodiu, 30 g apă și 970 g propanol-2. Masa de reacție se încălzește sub agitare, menținându-se la reflux, timp de 2 h, apoi se răcește, precipitatul se filtrează și se spală cu 100 g propanol-2. Turta de săpun se usucă, recuperându-se solventul, care împreună cu filtratul se utilizează la șarjele următoare. Rezultă 210 g săpun cu un randament de 95%.

Exemplul 2. Intr-un vas de 500 ml, prevăzut cu agitare, termometru și condensator, se dizolvă 0,2 g NaOH în 43 metanol. Se introduc apoi 200 g unt de sămburi de palmier, având indicele de saponificare de 252 mg KOH/g și 8 g dintr-un amestec format din pământ decolorant și cărbune activat în raport gravimetric de 2:1. Masa de reacție se încălzește, menținându-se la 70°C timp de 30 min. Amestecul decolorant se îndepărtează prin filtrare, iar filtratul se decantează în două straturi: stratul inferior format din glicerina brută se îndepărtează în scopul purificării și valorificării ulterioare. Stratul superior este supus saponificării, prin introducere într-un vas de 1,5 l prevăzut cu agitare, termometru și condensator, peste un amestec format din 36 g hidroxid de sodiu, 1000 g amestec de solventi recuperat de la șarjele anterioare și compus din 900 g propanol-2, 60 g metanol, 30 g apă și 10 g săpun. Masa de reacție se încălzește sub agitare, menținându-se la reflux, timp de 2 h, apoi se răcește, precipitatul se filtrează și se spală cu 100 g propanol-2. Turta se usucă rezultând fulgi de săpun cu un randament de 98%.

Exemplul 3. Intr-un vas de 500 ml, prevăzut cu agitare, termometru și condensator, se dizolvă 0,2 g hidroxid de sodiu în 37 g metanol, apoi se introduc 100 g unt de cocos cu indicele de saponificare 242 mg KOH/g, 100 g seu de bovine cu indicele de saponificare 193,5 mg KOH/g și 10 g dintr-un amestec format din pământ decolorant și cărbune decolorant în raport gravimetric de 2:1. Masa de reacție se încălzește sub agitare menținându-se la 65 ... 70°C timp de 1h. Amestecul decolorant se îndepărtează prin filtrare, iar filtratul se decantează în două straturi: stratul inferior constituit din glicerina brută, se îndepărtează în vederea purificării și valorificării. Stratul superior se transvazează pentru saponificare într-un vas de 1,5 l, prevăzut cu agitare mecanică, termometru și condensator. În vasul respectiv se introduc apoi 28 g hidroxid de sodiu, 4,5 hidroxid de potasiu, 950 g etanol și 50 g apă. Se încălzește masa de reacție sub agitare, menținându-se la reflux, timp de 3 h. Se răcește și se filtrează. Turta se suspendă în 600 g etanol în care s-au introdus 40 g agenți de condiționare aleși dintre: antioxidanti (BHT, BHA, BHQ), alcoolamide de acizi grași, polietilenglicoli, glicerină, ulei de măslini, unt de cocos, acid etilendiamintetraacetic (EDTA), alcooli grași, bioxid de titan, lanolină, colofoniu, colorant, parfum. După omogenizare se filtrează, iar turta se usucă, rezultând săpun condiționat cu un randament de 95%.

Exemplul 4. Intr-un vas de 500 ml, prevăzut cu agitare, termometru și condensator, se suspendă 1,3 g hidroxid de bariu anhidrizat, în 32 g metanol. Se introduc 200 g ulei de floarea soarelui brut, având indicele de saponificare 187,4 mg

KOH/g și 10 g dintr-un amestec de pământ decolorant și cărbune activat în raport gravimetric de 2:1. Masa de reacție se încălzește menținându-se la 65 ... 70°C, timp de o oră. Amestecul decolorant se îndepărtează prin filtrare, iar filtratul se decantează în două straturi: stratul inferior format din glicerină brută se valorifică după purificare. Stratul superior se transvazează într-un vas de 1,5 l prevăzut cu agitare, termometru și condensator, unde se tratează cu 57 g hidroxid de bariu, 720 g 2-metilpropanol-1 și 80 g apă. Se încălzește menținându-se masa de reacție la reflux, timp de 2 h. Se răcește, precipitatul se filtrează, apoi se usucă. Rezultă săpun de bariu cu un randament de 97%.

Exemplul 5. Se respectă procedeele descrise în exemplele 1 ... 4, înlocuindu-se untura de porc, untul din sâmburi de palmier, untul de cocos, seul de bobine sau uleiul de floarea soarelui brut cu trigliceride de origine vegetală sau animală, în stare naturală, purificate sau recuperate, ca atare sau hidrogenate alese dintre uleiurile de floarea soarelui epoxidate, soia ca atare sau epoxidate, rapiță, măslin, in, cânepă, bumbac, arahide, dovleac, germenii de porumb, tall, unt de cacao, de palmier, untură de pește, grăsimi de ecarisaj, seu de ovine, sau amestecuri ale acestora, efectuându-se corecțiile impuse de calitatea grăsimii. De asemenea, se poate înlocui hidroxidul de sodiu, de potasiu, sau de bariu cu hidroxid de litiu, hidroxizii fiind utilizati ca atare sau în amestec. Amestecul de solvenți de reacție de tipul apă - propanol-2, apa - metanol - propanol-2, apa - etanol, apa - metilpropanol-1, se pot înlocui cu amestecuri de apă - propanol-1, apa - butanol-1, apa - butanol-2, sau apa - amestecuri ale alcoolilor inferiori mai sus prezentate. Rezultă săpunuri cu randamente de 90 ... 98%.

Revendicări

1. Procedeu de obținere a sărurilor acizilor grași din trigliceride în solvenți, prin tratarea trigliceridelor cu un hidroxid, răcirea, filtrarea, uscarea și condiționarea sărurilor acizilor grași rezultate, **caracterizat prin aceea că**, în prima etapă, trigliceridele se tratează la 65 ... 70°C, timp de 0,5 ... 1 h, cu metanol luat în proporție de 16 ... 21% față de trigliceride și cu un hidroxid luat în proporție de 0,5 ... 4% față de metanol, în prezența unui amestec decolorant format din pământ decolorant și cărbune activat în raport de 2 : 1 în greutate, amestec luat în proporție de 4 ... 6% față de trigliceride, amestecul decolorant se separă prin filtrare, iar filtratul se decantează în două straturi, din care cel inferior bogat în glicerină se purifică și se valorifică, în timp ce stratul superior se saponifică în a doua etapă, în prezența aceluiși hidroxid luat în raport molar de 3 : 1 față de trigliceride și a unui amestec de solvenți utilizat în proporție de 400 ... 500% față de trigliceride și care conține 0,5 ... 10% în greutate apă, masa de reacție se încălzește menținându-se la reflux 2 ... 3 h, se răcește, se filtrează, iar turta de săpun rezultată de la filtrare se condiționează și se usucă, procenteile fiind exprimate în greutate.

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, trigliceridele sunt de tipul grăsimilor de origine vegetală sau animală, în stare naturală, purificate sau recuperate, ca atare sau hidrogenate, alese dintre uleiurile de floarea-soarelui ca atare sau epoxidate, soia ca atare sau epoxidate, rapiță, măslini, ricin, in, cânepă, bumbac, arahide, dovleac, germenii de porumb, tall, unt de cacao, de palmier, de cocos, de sâmburi de palmier, untură de porc, de pește, grăsimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, sau amestecuri ale acestora.

145

150

155

160

165

170

175

180

185

190

3. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, hidroxidul este ales dintre hidroxidul de sodiu, de potasiu, de litiu, de bariu sau amestecuri ale acestora.

195 4. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, solventii sunt aleși dintre metanol, etanol, propanol-1, propanol-2, 2-metilpropanol-1, butanol-1, butanol-2, singuri sau în amestec, proaspăti sau recuperati de la șarjele anterioare.

200 5. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, turta de săpun rezultată de la filtrare se condiționează prin suspendare într-un alcool ales dintre metanol, etanol, propanol-1, propanol-2, 2-metilpropanol-1, butanol-1, butanol-2, singur sau în amestec, în proporție de 300% în greutate față de trigliceride, se tratează cu 2 ... 20% în greutate față de trigliceride, agenți de condiționare aleși dintre antioxidantii de tip *t*-butil-hidroxitoluen, *t*-butil-hidroxi-anisol, *t*-butil-hidrochinare, alcanolamide de acizi grași, polietilenglicoli, glicerina, ulei de măslini, unt de cocos, acid etilendiamintetraacetic (EDTA), alcooli grași, bioxid de titan, lanolină, colofoniu, colorant, parfum, apoi se filtrează, iar turta de săpun condiționat se usucă.

205

Președintele comisiei de examinare: **ing. Georgescu Mirela**

Examinator: **ing. Prejbeanu Ana**

